

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PAT-NO: JP02000074820A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2000074820 A

TITLE: LIQUID CHROMATOGRAPH

PUBN-DATE: March 14, 2000

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
FUJITA, TAKESHI	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SHIMADZU CORP	N/A

APPL-NO: JP10241567

APPL-DATE: August 27, 1998

INT-CL (IPC): G01N021/01, G01N030/74

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a high-speed liquid chromatograph capable of checking simply and precisely without requiring an unnecessary labor, at the time of checking accuracy of a wavelength of a spectrophotometer detector.

SOLUTION: This liquid chromatograph is a spectrophotometer detector composed of a see-through deuterium lamp 11, a diffraction lattice 4, a flow cell 6, and a photodetector 7, and a low-pressure mercury lamp 8 and a lens 9 are installed in front of an optical system of the see-through deuterium lamp 11, and the light of the low-pressure mercury lamp 8 is focused on the center of a hole 10 of the see-through deuterium lamp 11 by the lens 9, thereby enables accurate measuring of a wavelength simply and precisely.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 許出願公開番号

特開2000-74820

(P2000-74820A)

(43)公開日 平成12年3月14日 (2000.3.14)

(51) Int.Cl.
G 0 1 N 21/01
30/74

識別記号

F I
G 0 1 N 21/01
30/74

マーク (参考)
D 2 G 0 5 9
E

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全4頁)

(21)出願番号 特願平10-241567
(22)出願日 平成10年8月27日 (1998.8.27)

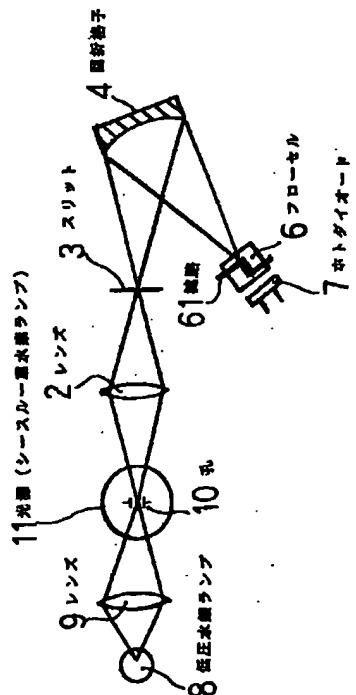
(71)出願人 000001993
株式会社島津製作所
京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地
(72)発明者 藤田 健
京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会
社島津製作所三条工場内
(74)代理人 100097892
弁理士 西岡 義明
F ターム(参考) 2G059 AA01 AA05 BB04 DD12 EE01
EE12 FF06 GG03 JJ05 JJ11
JJ30 KK02

(54)【発明の名称】 液体クロマトグラフ

(57)【要約】

【課題】 分光光度計検出器の波長の正確さをチェックするとき、余計な手間を要することなく、簡便に精度良くチェック出来る高速液体クロマトグラフを提供する。

【解決手段】 シースルー重水素ランプ11、回折格子4、フローセル6、ホト検出器7で構成された分光光度計検出器であって、シースルー重水素ランプ11の光学系の前に低圧水銀ランプ8とレンズ9を設け、レンズ9によりシースルー重水素ランプ11の孔10の中央で低圧水銀ランプ8の光の焦点を結ばせることにより、簡便で精度良く波長の正確さの測定が出来る。



【特許請求の範囲】

【請求項1】重水素ランプからの光を回折格子にて分光し、その光をカラムで分離された液体試料が流れるフローセルに照射し、このフローセルを通過した光をホト検出器で検出することにより試料の分析を行う液体クロマトグラフにおいて、前記重水素ランプをシースルー重水素ランプで構成するとともに、このシースルー重水素ランプの前段に低圧水銀ランプを設け、前記低圧水銀ランプからの光をシースルー重水素ランプ中を透光させ得るよう構成したことを特徴とする液体クロマトグラフ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は液体クロマトグラフに係わり、特にその分光光度計検出器に関する。

【0002】

【従来の技術】液体クロマトグラフをはじめ各種分析装置においては、分析の信頼性を上げるために、分析装置の正確さのチェックいわゆるバリデーションが行われている。特に紫外可視光による分光光度計検出器（UV検出器）を使用する液体クロマトグラフにおいては、このUV検出器の正確さを示す指標の一つとしてUV検出器の波長の正確さ、すなわちUV検出器が所要の正確な波長で検出しているか否かを簡便かつ正確に測定する必要がある。

【0003】すなわち、従来における液体クロマトグラフの分光光度計検出器の構成は図2に示すとおりであるが、図において、1は検出器の光源である重水素ランプで、この光はレンズ2で集光され、スリット3を経て回折格子4に入射される。そして回折格子4によって分光され、さらに集光された光はフローセル6に入射されるようになっている。フローセル6は筒状の光路が形成されているとともに、図示されていない液体クロマトグラフのカラムで分離された検出成分の流出液が流れる流路61が前記光路上に設けられている。したがって、フローセル6に照射された光は液体試料中を透過する。そしてフローセル6を通過した光はホトダイオード7で検出されるのである。

【0004】以上の構成において、バリデーションを行うときには、ホルミウムフィルタ5を光路内に挿入し、光の吸収極大が得られる波長を測定し、波長の正確さのチェックを行っている。すなわち、ホルミウムフィルタ5を挿入したときに、ホルミウムフィルタ5と同じ360nmの波長域に光の吸収極大が得られるか否かで検出器の精度をチェックする。また、ホルミウムフィルタ5を用いずに、カフェインなど吸収極大波長が既知の実サンプルをフローセル6の流路61に送液して吸収極大波長を測定し、波長の正確さをチェックする方法も行われている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このホ

ルミウムフィルタ5を挿入する方法は、簡易ではあるがその吸収極大値が360nm付近にあり、通常液体クロマトグラフの測定に使用する波長範囲200~250nmとはかけ離れているので、この確認したい波長域で波長の正確さをチェックできない欠点があった。

【0006】また、カフェインなどの実サンプルをフローセル6の流路61に送液する方法は、実用の波長範囲に近い部分での測定が可能であるが、サンプルの調整や、送液に手数を要する。さらに、一般的に吸収スペクトルがシャープでなくブロードになるので波長の正確さのチェックに誤差を生じる欠点があった。

【0007】本発明は以上のような問題を解決し、UV検出器の波長の正確さを簡便にチェックできる液体クロマトグラフを提供しようとするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するためには、本発明の液体クロマトグラフにおいては、不重水素ランプをシースルー重水素ランプで構成するとともに、このシースルー重水素ランプの前段に低圧水銀ランプを設け、この低圧水銀ランプからの光を重水素ランプの中を透光させ得るよう構成したものである。この低圧水銀ランプの光は波長254nmに強い輝線があり、液体クロマトグラフの測定に使用する光の波長範囲に近いので、波長の正確さのチェックが容易となる。

【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明による高速液体クロマトグラフ特にその分光光度計検出器の構成を、図1に示す実施例にしたがって説明する。11は検出器の光源である重水素ランプであり、2はレンズである。光源11からの光はレンズ2で集められ、スリット3を経て回折格子4に入射する。そして回折格子4によって分光され集光された光はフローセル6に照射される。フローセル6は筒状の光路が形成されているとともに、この光路には図示されていない液体クロマトグラフのカラムで分離された検出成分の液体が流される流路61を有している。フローセル6に照射された光はこの液体試料を透過し、フローセル6を通過した光はホトダイオード7で検出される。

【0010】以上の構成は従来と同様であるが、本発明はこの光源の重水素ランプ11の内方中央に孔10を設け、その中を光が通過することができるシースルー重水素ランプを構成するとともに、光源11の光学系の前段に低圧水銀ランプ8とレンズ9からなる光学系が設けられている。

【0011】以上の構成において、波長の正確さを求めるバリデーションを行うときには、シースルー重水素ランプ11の電源は切られており、低圧水銀ランプ8から出た光は、レンズ9で収束されシースルー重水素ランプ11の孔10の中央に焦点が結ばれる。そしてシースルーレンズ10の孔10を通過した光はレンズ2で

集められてスリット3を経て回折格子4に入射し、さらに回折格子4によって分光され集光された光はフローセル6に入射される。フローセル6を通過した光はホトダイオード7で検出される。低圧水銀ランプ8は波長254 nmの所に強い輝線があり、液体クロマトグラフの測定に実際に使う波長は200~250 nmであり、両者の波長が接近した値にあるので、波長の正確さのチェックをより正確に行うことができる。通常の測定時においては、低圧水銀ランプ8の電源は切られてシースルー重水素ランプ11の電源が入っており、このシースルー重水素ランプ11からの発光により分析が行われる。

【0012】本発明の特徴は以上のとおりであるが、上記ならびに図示例に限定されるものではなく、たとえば低圧水銀ランプ8およびレンズ9は固定しないで着脱可能な構造にすることもできる。たとえばソケットを設けておき、バリデーションの際にランプを差し込む構造にすることも可能である。また低圧水銀ランプ8については、要は液体クロマトグラフの測定に使用する波長域(200~250 nm)で強い輝線を有する光源であれば良く、本発明の特許請求範囲における「低圧水銀ランプ」はこれらの光源を含むものである。さらに、図示例では高速液体クロマトグラフを例にして説明したが、通常の液体クロマトグラフにも同様に適用可能である。

【0013】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明によれば信

頗る高い低圧水銀ランプ8で、波長の正確さを簡便にかつ精度良く測定することが出来る。また、低圧水銀ランプ8の輝線は254 nmであり、重水素ランプ11の輝線は486 nmと656 nmがあるので、低圧水銀ランプ8と重水素ランプ11を組み合わせることにより、測定波長範囲全域で検出器の波長の正確さをチェックすることができる。

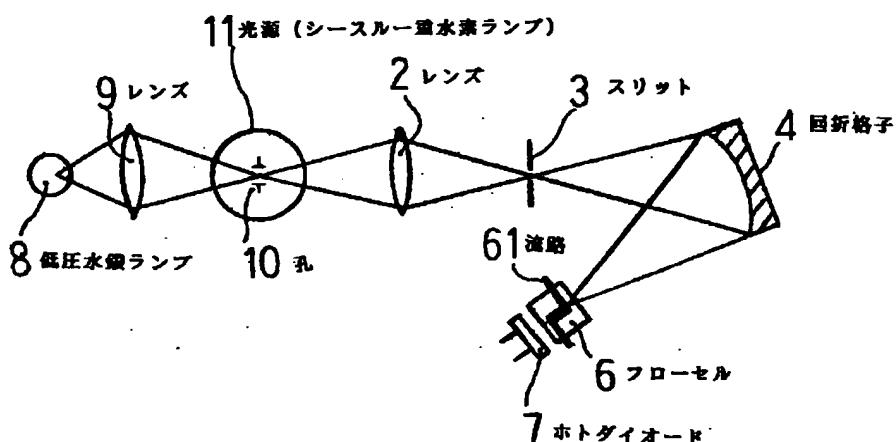
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明実施例装置の構成を概略的に示す図である。

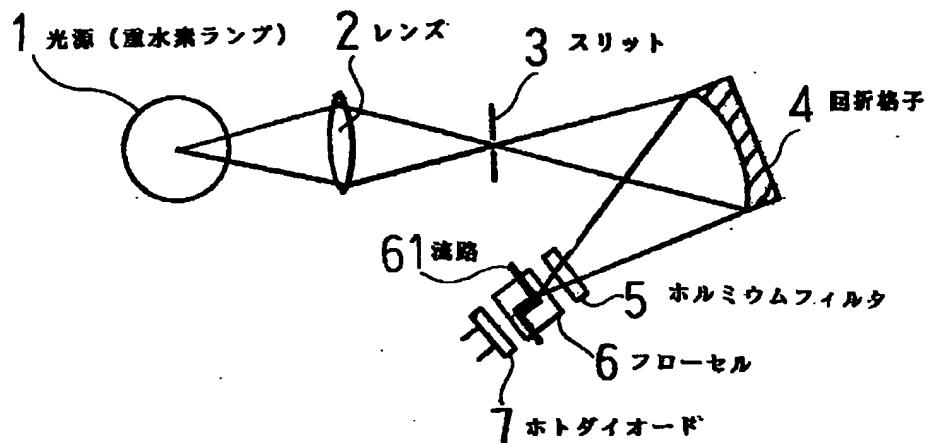
【符号の説明】

- 1……光源(重水素ランプ)
- 2……レンズ
- 3……スリット
- 4……回折格子
- 5……ホルミウムフィルタ
- 6……フローセル
- 7……ホトダイオード
- 8……低圧水銀ランプ
- 9……レンズ
- 10……孔
- 11……光源(シースルー重水素ランプ)
- 61……流路
- 62……流路

【図1】



【図2】



PAT-NO: JP02001035238A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2001035238 A

TITLE: DEUTERIUM LAMP BOX AND PORTABLE-TYPE LIGHT SOURCE DEVICE

PUBN-DATE: February 9, 2001

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SEI, YUJIRO	N/A
ITO, SHINJIYO	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
HAMAMATSU PHOTONICS KK	N/A

APPL-NO: JP11203557

APPL-DATE: July 16, 1999

INT-CL (IPC): F21V013/00, F21V029/00

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a deuterium lamp box high in versatility and a portable- type light source device.

SOLUTION: This deuterium lamp box 50 can lead out forward a beam of light having a wavelength different from that of the light of a deuterium lamp 10 from a light emitting opening 69. More specifically, when the see- through type deuterium lamp 10 is lighted, the light generated by the deuterium lamp 10 can be led out from the light emitting opening 69. When the deuterium lamp 10 is turned off and a second lamp 85 is lighted, the light generated by the second lamp 85 is condensed by a lens 84, passes through the deuterium lamp 10,

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] Especially this invention relates to the spectrophotometer detector with respect to a liquid chromatograph.

[0002]

[Description of the Prior Art] In order to begin a liquid chromatograph and to raise analytic reliability in various analysis apparatus, check ***** validation of the accuracy of an analysis apparatus is performed. In the liquid chromatograph which uses the spectrophotometer detector (UV detector) especially by the ultraviolet light, it is necessary to measure simple and correctly whether the accuracy of the wavelength of the UV detector, i.e., the UV detector, has detected on necessary exact wavelength as one of the indexes which show the accuracy of this UV detector.

[0003] That is, although the composition of the spectrophotometer detector of the liquid chromatograph in the former is as being shown in drawing 2, in drawing, 1 is the deuterium lamp which is the light source of a detector, it is condensed with a lens 2 and incidence of this light is carried out to a diffraction grating 4 through a slit 3. And a spectrum is carried out by the diffraction grating 4, and incidence of the light condensed further is carried out to a flow cell 6. The passage 61 where the effluent of the detection component separated in the column of the liquid chromatograph by which the flow cell 6 is not illustrated while the tubed optical path is formed flows is formed on the aforementioned optical path. Therefore, the light irradiated by the flow cell 6 penetrates the inside of a liquid sample. And the light which passed the flow cell 6 is detected by photo diode 7.

[0004] In the above composition, when performing validation, the holmium filter 5 is inserted into an optical path, the wavelength from which the absorption-of-light maximum is obtained is measured, and accuracy of wavelength is checked. That is, when the holmium filter 5 is inserted, the precision of a detector is checked by whether the absorption-of-light maximum is obtained in the 360nm same wavelength region as the holmium filter 5. Moreover, without using the holmium filter 5, absorption-maximum wavelength, such as caffeine, sends a known real sample to the passage 61 of a flow cell 6, absorption-maximum wavelength is measured, and the method of checking the accuracy of wavelength is also performed.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, although the method of inserting this holmium filter 5 was simple, it had the absorption-maximum value near 360nm, and since it was widely different in the wavelength range of 200-250nm usually used for measurement of a liquid chromatograph, it had the fault which cannot check accuracy of wavelength in this wavelength region to check.

[0006] Moreover, although measurement in the portion near the wavelength range of practical use is possible for the method of sending real samples, such as caffeine, to the passage 61 of a flow cell 6, adjustment of a sample and liquid sending take trouble to it. Furthermore, generally, an absorption spectrum was not sharp, and since it became broadcloth, the check of the accuracy of wavelength had the fault which produces an error.

[0007] this invention tends to solve a problem [like] above and tends to offer the liquid chromatograph which can check the correctness of the wavelength of UV detector simple.

[0008]

[Means for Solving the Problem] While constituting a non-deuterium lamp from a see-through deuterium lamp in the liquid chromatograph of this invention, a low-pressure mercury lamp is prepared in the preceding paragraph of this see-through deuterium lamp, and in order to solve the above-mentioned technical problem, the light from this low-pressure mercury lamp is constituted so that light transmission of the inside of a deuterium lamp can be carried out. The light of this low-pressure mercury lamp has the bright line strong against the wavelength of 254nm, and since it is close to the wavelength range of the light used for measurement of a liquid chromatograph, the check of the accuracy of wavelength becomes easy.

[0009]

[Embodiments of the Invention] Hereafter, it explains according to one example which shows the composition of the high-speed liquid chromatograph by this invention, especially its spectrophotometer detector to drawing 1. 11 is a deuterium lamp which is the light source of a detector, and 2 is a lens. The light from the light source 11 is collected with a lens 2, and carries out incidence to a diffraction grating 4 through a slit 3. And the light which the spectrum was carried out and was condensed by the diffraction grating 4 is irradiated by the flow cell 6. The flow cell 6 has the passage 61 where the liquid of the detection component divided into this optical path in the column of the liquid chromatograph which is not illustrated is poured while the tubed optical path is formed. The light irradiated by the flow cell 6 penetrates this liquid sample, and the light which passed the flow cell 6 is detected by photo diode 7.

[0010] Although the above composition is the same as usual, this invention forms a hole 10 in the center of the inner direction of the deuterium lamp 11 of this light source, and while constituting the see-through deuterium lamp to which light can pass through the inside of it, the optical system which becomes the preceding paragraph of the optical system of the light source 11 from a low-pressure mercury lamp 8 and a lens 9 is formed.

[0011] In the above composition, when performing validation which asks for the correctness of wavelength, the see-through deuterium lamp 11 is turned off, it converges the light which came out of the low-pressure mercury lamp 8 with a lens 9, and a focus is connected in the center of the hole 10 of the see-through deuterium lamp 11. And the light which passed the hole 10 of the see-through deuterium lamp 11 is collected with a lens 2, and carries out incidence to a diffraction grating 4 through a slit 3, and incidence of the light which the spectrum was carried out and was further condensed by the diffraction grating 4 is carried out to a flow cell 6. The light which passed the flow cell 6 is detected by photo diode 7. Since a low-pressure mercury lamp 8 has the bright line strong against a place with a wavelength of 254nm and the wavelength actually used for measurement of a liquid chromatograph is in the value which it is 200-250nm and both wavelength approached, accuracy of wavelength can be checked more to accuracy. At the time of the usual measurement, the low-pressure mercury lamp 8 was turned off, the power supply of the see-through deuterium lamp 11 is turned on, and analysis is performed by luminescence from this see-through deuterium lamp 11.

[0012] Although the feature of this invention is as above, it is not limited to the above-mentioned row by the example of illustration, and it can also be made removable structure without fixing a low-pressure mercury lamp 8 and a lens 9. For example, the socket is prepared and it is also possible to make it the structure which inserts a lamp in the case of validation. Moreover, about a low-pressure mercury lamp 8, the "low-pressure mercury lamp" in the claim of this invention contains these light sources that what is necessary is just the light source which has the strong bright line in the wavelength region (200-250nm) used for measurement of a liquid chromatograph in short. Furthermore, although the high-speed liquid chromatograph was made into the example and the example of illustration explained it, it is applicable also like the usual liquid chromatograph.

[0013]

[Effect of the Invention] As explained in full detail above, according to this invention, the correctness of

wavelength can be measured with a simple and sufficient precision by the reliable low-pressure mercury lamp 8. Moreover, since the bright line of a low-pressure mercury lamp 8 is 254nm and the bright lines of a deuterium lamp 11 are 486nm and 656nm, the correctness of the wavelength of a detector can be checked throughout the measurement wavelength range by combining a low-pressure mercury lamp 8 and a deuterium lamp 11.

[Translation done.]